

**Column for subjecting a gas or liquid to a physical separation process,
containing a structured packing comprising monoliths**

Patent number: NL1009499C
Publication date: 2000-01-04
Inventor: GROLMAN ERIC (NL); MOULIJN JACOB ADRIAAN (NL); KAPTEIJN FREDERIK (NL)
Applicant: DSM NV (NL)
Classification:
- **international:** B01J19/32
- **european:** B01D53/04C; B01D53/18; B01D53/74; B01J19/32
Application number: NL19981009499 19980625
Priority number(s): NL19981009499 19980625

Report a data error here

Abstract of NL1009499C

Monoliths are used to form the packaging material inside the column. A method for physically separating one or more components from a gas or liquid is carried out in a column containing a structured packing comprising one or more monoliths. An Independent claim is also included for the column.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

19



Bureau voor de
Industriële Eigendom
Nederland

11 1009499

12 C OCTROOI⁶

21 Aanvraag om octrooi: 1009499

51 Int.Cl.⁷
B01J19/32

22 Ingediend: 25.06.1998

41 Ingeschreven:
04.01.2000 I.E. 2000/03

47 Dagtekening:
04.01.2000

45 Uitgegeven:
01.03.2000 I.E. 2000/03

73 Octrooihouder(s):
DSM N.V. te Heerlen.

72 Uitvinder(s):
Eric Grolman te Maastricht
Jacob Adriaan Moulijn te Den Haag
Frederik Kaptelijn te Purmerend

74 Gemachtigde:
Drs. W.C.R. Hoogstraten c.s. te 6160 MA
Geleen.

54 Fysische scheiding.

57 De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor de fysische scheiding van een of meerdere componenten uit een gas of vloeistof.
Het kenmerkende van de uitvinding is erin gelegen dat de scheiding wordt uitgevoerd in een kolom die voorzien is van een gestructureerde pakking in de vorm van een of meerdere (gevinde) monolieten.
De uitvinding heeft tevens betrekking op een kolom voor het uitvoeren van een fysische scheiding, een waarbij de kolom voorzien is van een dergelijke gestructureerde pakking.

NL C 1009499

De inhoud van dit octrooi komt overeen met de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekeningen.

FYSISCHE SCHEIDING

5

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor de fysische scheiding van een of meerdere componenten uit een gas- of vloeistof-mengsel.

Een dergelijke werkwijze wordt in velerlei
10 processen in de industrie toegepast. Bekende uitvoeringsvormen ervan zijn: destillatie, extractie, gasabsorbtie en-desorbtie. Dergelijke werkwijzen worden gewoonlijk in een vertikaal geplaatste kolom uitgevoerd. Een dergelijke kolom is gewoonlijk voorzien
15 van middelen om de scheiding zo effectief mogelijk te laten verlopen. Voorbeelden van dergelijke middelen zijn roerders, zeefplaten, willekeurig gestort pakkingsmateriaal, etc. Verwezen kan worden naar het boek van J.H. Perry: Chemical Engineers Handbook, 1984.

20 In dit soort processtappen (ook wel "unit operations" genoemd) wordt de effectiviteit van de scheiding (en daarmee de grootte van het apparaat waarin de scheiding wordt uitgevoerd) bepaald door twee factoren: de kwaliteit van de scheiding en de
25 capaciteit van de kolom. De eerste wordt beïnvloed door het stromingsprofiel in de kolom; de tweede wordt voornamelijk bepaald door het beschikbare uitwisselend oppervlak, dat daarmee sterk de diameter van het apparaat beïnvloedt. Bij kolommen, die gevuld zijn met
30 pakkingsmateriaal (om het uitwisselend oppervlak te vergroten), levert dit een verhoogde drukval en stuwing bij relatief lage doorzetting op. Het scheidend vermogen van de kolom, hangt mede af van de fysische eigenschappen van de stoffen, die van elkaar gescheiden
35 moeten worden. Zo wordt bij een destillatieve scheiding

de afmetingen van het scheidend apparaat mede bepaald door de verschillen in kookpunten tussen de te scheiden stoffen; daarnaast moet ook thermodynamisch, zowel als op het gebied van de stofoverdracht, de scheiding
5 optimaal verlopen, een reden waarom de bovengenoemde middelen in een scheidingsapparaat aanwezig zijn.

Er is nog steeds een behoefte om de diameter, maar vooral de hoogte van een dergelijk scheidingsapparaat te verkleinen en/of het energie-
10 verbruik ervan te verminderen, zonder substantieel afbreuk te doen aan het scheidend vermogen van een dergelijk apparaat, waardoor de werkwijze voor de scheiding goedkoper kan worden.

De werkwijze volgens de uitvinding wordt
15 erdoor gekenmerkt dat de scheiding wordt uitgevoerd in een kolom, die voorzien is van een gestructureerde pakking in de vorm van één of meerdere monolieten. In een voorkeursvorm van de uitvinding vindt de scheiding plaats m.b.v. gevinde monolieten.

20 Onder monoliet wordt in het kader van de onderhavige uitvinding verstaan een aaneengesloten structuur (blok, cylinder, etc) met daarin een (groot) aantal parallel aan elkaar georiënteerde kanalen. Een gevinde monoliet is een monoliet waarin aan de
25 binnenkant, in het holle gedeelte (in de kanalen), een of meerdere vinnen aangebracht zijn. De vinnen, die gewoonlijk radiaal zijn aangebracht, zijn meestal over de hele lengte van de monoliet, en ook voornamelijk in de lengterichting van het monoliet, aanwezig.

30 (Gevinde) monolieten, in de vorm van een katalytisch actieve kolomvulling, zijn op zich bekend uit het artikel van P.J.M. Lebens, et.al. in Chem. Eng. Sci., 52(21-22), 3893-9 (1997), alsmede uit de octrooiaanvraag WO-94-09901-A1. Het is nu

verrassenderwijs gebleken dat dergelijke structuren
zeer wel toepasbaar zijn bij fysische scheidingen. Bij
zo'n toepassing is gebleken dat het scheidend vermogen
van een scheidingsapparaat, voorzien van dergelijke
5 monolieten, sterk is vergroot t.o.v. bekende
scheidingsapparatuur, als gevolg waarvan met een
kleiner apparaat kan worden volstaan bij een gegeven
doorzet, of waardoor het apparaat een grotere
voedingsstroom kan behandelen bij gelijkblijvend
10 scheidingsrendement. In het bijzonder geldt dit bij
toepassingen van gevinde monolieten.

In het scheidingsapparaat is de monoliet in
geordende vorm aanwezig, hetgeen betekent dat de
inwendige kanalen van afzonderlijke, op elkaar
15 gestapelde monolieten op elkaar aansluiten. Hierdoor
wordt bereikt dat de beoogde scheiding zich in het
inwendige van de monoliet (in de kanalen) afspeelt, en
niet, zoals bijvoorbeeld bij een gepakte destillatie
kolom (d.w.z. een destillatiekolom die inwendig is
20 voorzien van random gestort pakkingsmateriaal, zoals
Berl-zadels of Rashing-ringen), aan het
buitenoppervlak van de pakking. Dit stelt uiteraard
hoge eisen aan de manier waarop de voedingsstroom
(-stromen) naar en in de kolom geleid worden: elk
25 kanaal dient goed gevoed te worden, via een daartoe
geschikt voedingssysteem (b.v. verdeelplaat).

De aanwezigheid van vinnen draagt ervoor
zorg, dat er zich in de monoliet een gelaagde stroming
voordoet, met anderzijds toch voldoende interactie
30 tussen de met elkaar in contact zijnde stromen. Dit in
tegenstelling tot monolieten waarbij dergelijke
inwendige vinnen afwezig zijn, en waarbij de stroming
in het monoliet veel minder eenduidig is. Bij
scheidingsprocessen die in tegenstroom worden

uitgevoerd (en dat heeft de voorkeur) treedt er bij toepassing van gevinde monolieten pas bij veel hogere doorzetten stuwring en propvorming op dan bij toepassing van ongevinde monolieten.

5 Het materiaal waarvan de monoliet gemaakt is, is op zich voor de toepassing van de uitvinding niet zo relevant. De keuze van het materiaal wordt merendeels ingegeven door de procescondities waaronder de scheiding dient te worden uitgevoerd, waaronder te
10 noemen zijn: temperatuur(-sverloop), druk, type gas en vloeistof, zuurgraad van het doorgevoerde medium, mate van bevochtiging van de monoliet door de processtromen, etc. De vakman kan hier, op basis van zijn vakkennis, een goede selectie maken. Geschikte materialen zijn
15 keramische materialen, bv. gebaseerd op alumina, siliciumcarbide of -nitride, zirconia, of materialen gebaseerd op een kunststof.

 Zoals aangegeven is de monoliet bij voorkeur inwendig voorzien van vinnen, die de holle
20 ruimte binnenin de monoliet in sub-ruimtes verdelen. Het aantal vinnen is gewoonlijk gelegen tussen 2 en 20, met meer voorkeur tussen 3 en 8 en met de meeste voorkeur gelegen tussen 4 en 6. De lengte van de vin (in de richting \perp op de wand) is gewoonlijk in de orde
25 van grootte van 15-35% van de diameter van de ingeschreven cirkel van de monoliet-doorgang. De monolietdoorgang zelf kan in principe elke vorm hebben: cirkelvormig, rechthoekig, driehoekig, vierkantig, ovaal, etc.

30 De grootte van de monoliet-doorgang is gewoonlijk gelegen tussen 0,1 en 30 mm, bij voorkeur tussen 1 en 10 mm, gemeten als diameter van de ingeschreven cirkel van de monoliet- doorgang, waarbij

geen rekening gehouden is met de aanwezigheid van de vinnen.

De werkwijze volgens de uitvinding is toepasbaar op velerlei fysische scheidingen, waarvoor
5 de belangrijkste zijn:

- a) destillatie
- b) gasabsorbtie/-desorbtie
- c) vloeistof-vloeistofextractie
- 10 d) extractieve destillatie
- e) reactieve destillatie.

Dergelijke scheidingsprocessen kunnen zowel in gelijk- als in tegenstroom worden uitgevoerd. Het
15 heeft zeer de voorkeur om de scheiding in tegenstroom uit te voeren; hierdoor wordt het scheidend vermogen van het scheidingsapparaat sterk vergroot.

De bovengenoemde scheidingen zullen navolgend in meer detail worden besproken; ze zijn op
20 zich bij de vakman bekend.

a) Destillatie

Destillatie is een proces waarbij een mengsel van vloeistoffen met verschillende kookpunten
25 van elkaar gescheiden wordt. Hiertoe wordt in een destillatiekolom warmte aan de toegevoerde voedingsstroom toegevoegd, zodanig dat een laagkokende fractie zich in dampvorm afscheidt van een overblijvende vloeistoffase. De damp wordt extern
30 gekoeld, grotendeels afgevoerd en gedeeltelijk als zogeheten reflux teruggevoerd naar de destillatie; de vloeistof wordt gewoonlijk aan de onderzijde van de destillatiekolom afgevoerd. In de literatuur zijn velerlei uitvoeringsvormen voor destillatiekolommen

beschreven, zoals een zeefplaten kolom, een gepakte kolom, etc.

b) Gasabsorbtie/-desorbtie

- 5 Bij een dergelijk scheidingsproces wordt een component uit een gasstroom geabsorbeerd in een vloeistofstroom (absorbtie), of wordt een component verwijderd uit een vloeistofstroom en opgenomen in een gasstroom (desorbtie; ook wel: strip-proces genoemd).
- 10 Hierbij kan bijvoorbeeld gedacht worden aan ontzwaveling van rookgassen, of CO₂-absorbtie.

c) Vloeistof-vloeistofextractie

- 15 Hierbij worden twee vloeistoffen, die weinig tot niet met elkaar mengbaar zijn, met elkaar in contact gebracht om één of meerdere componenten geheel of gedeeltelijk, die in de ene vloeistoffase aanwezig zijn, over te dragen naar de andere vloeistof. In het merendeel van de gevallen betreft het een samenstel van
- 20 een polair medium (bijvoorbeeld water) en een apolair medium (zoals een koolwaterstof). De vakman is op zich bekend met de (niet-)mengbaarheid van allerlei vloeistoffen en zal, al naar gelang van de te extraheren component(-en) een gefundeerde keuze kunnen
- 25 maken voor de zogenoemde extract- en raffinaatfase. Waar een extractie in meerdere uitvoeringsvormen bekend is (rotating disk kolom; een combinatie van "mixers en settlers"; (gepulseerde) gepakte kolom), is de werkwijze volgens de uitvinding bij uitstek geschikt om
- 30 te worden toegepast bij een extractieproces in een (gepulseerde) gepakte kolom.

d) Extractieve destillatie

Bij een dergelijk proces wordt gebruik

gemaakt van één of meerdere hulpstoffen om de destillatieve scheiding te verbeteren. Voornamelijk wordt dit toegepast bij het scheiden van zogenaamde azeotropische mengsels.

5

e) Reactieve destillatie

In zo'n scheidingsproces treedt er in het destillatieapparaat een reactie op; door het toepassen van een destillatieve scheiding worden één of meerdere
10 reactanten uit bijvoorbeeld de vloeistoffase via de gasfase verwijderd, waardoor het mogelijk is om een naar evenwicht neigende reactie aflopend te maken, dan wel volgreacties te voorkomen. In een uitvoeringsvorm van de onderhavige uitvinding bevindt zich op de
15 gevinde monoliet een katalytisch actieve component of wordt het materiaal van de monoliet zodanig gekozen dat het monoliet eveneens als katalysator kan optreden voor de bedoelde reactie.

Door toepassing van de werkwijze volgens de
20 uitvinding wordt in fysische scheidingsprocessen, zoals in de bovengenoemde processen, een grotere efficiency (genomen als scheidend vermogen per lengte of per volume van de scheidingskolom) beschikt, waardoor er een significante vermindering van de toe te passen
25 kolom kan worden bereikt, of een vergrote doorzet door de kolom. De werkwijze kan ook worden toegepast met behulp van op zich in een bestaand productieproces reeds aanwezige scheidingsapparatuur, die voorzien is van de volgens de werkwijze volgens de uitvinding toe
30 te passen gevinde monolieten.

De uitvinding heeft tevens betrekking op een kolom voor het uitvoeren van een fysische scheiding, zoals hierboven beschreven. Een dergelijke kolom is voorzien van een gestructureerde pakking in de

vorm van één of meerdere monolieten, bij voorkeur één of meerdere gevinde monolieten, en bevat aan- en afvoermiddelen voor voeding en af te voeren stromen.

Afhankelijk van het soort uit te voeren

- 5 scheidingsproces is de kolom tevens voorzien van accessoires om het bedoelde scheidingsproces uit te voeren, zoals er bij een destillatiekolom een daartoe geschikte vloeistof verdeler, een condensor voor de te koelen topstroom en een warmtewisselaar aanwezig zijn;
- 10 en bij een extractie proces een pulsator aanwezig kan zijn om een pulserende extractie uit te voeren.
- Dergelijke accessoires zijn de vakman bekend.

C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor de fysische scheiding van een of
5 meerdere componenten uit een gas of een
vloeistof, met het kenmerk dat de scheiding wordt
uitgevoerd in een kolom, die voorzien is van een
gestructureerde pakking in de vorm van één of
meerdere monolieten.
- 10 2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk
dat de scheiding plaatsvindt m.b.v. gevinde
monolieten.
3. Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het
kenmerk dat een destillatieve scheiding wordt
15 uitgevoerd.
4. Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het
kenmerk dat een scheiding in de vorm van een
gasabsorbtie of -desorbtie wordt uitgevoerd.
5. Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het
20 kenmerk dat een scheiding in de vorm van een
vloeistof- vloeistof extractie wordt uitgevoerd.
6. Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het
kenmerk dat een scheiding in de vorm van een
extractieve destillatie wordt uitgevoerd.
- 25 7. Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het
kenmerk dat een scheiding in de vorm van een
reactieve destillatie wordt uitgevoerd.
8. Werkwijze volgens een der conclusies 1-7, met het
kenmerk dat de scheiding wordt uitgevoerd in
30 tegenstroom.
9. Kolom voor het uitvoeren van een fysische
scheiding volgens een der conclusies 1-8, met het
kenmerk dat de kolom is voorzien van een
gestructureerde pakking in de vorm van een of

meerdere monolieten, en waarbij de kolom is voorzien van aan- en afvoermiddelen voor voeding en af te voeren stromen.

- 5 10. Kolom volgens conclusie 9 met het kenmerk dat
gevinde monolieten als gestructureerde pakking aanwezig zijn.